

24124



# Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE CIENCIAS

ELABORACION DE LA TARJETA DEL RELOJ  
PARA EL DETECTOR TIPO MEPSICRON

## Tesis Profesional

Que para obtener el título de

F I S I C O

presenta

NOE HERNANDEZ ALBA

México, D. F.

1987



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## INDICE

	Página.
Indice.	i.
Proemio.	iii.
1.- Introducción.	1.
1.1.- Problemas a resolver (partículas pequeñas):	1.
1.1.1.- Catalizadores.	1.
1.1.2.- Cambios de simetría.	3.
1.1.3.- Microscopio electrónico como solución.	3.
1.2.- Formación de imágenes.	4.
1.3.- Teoría de difracción.	7.
1.3.1.- Solución del Hamiltoniano para un cristal perfecto con teoría dinámica.	10.
1.3.2.- Factor de forma.	17.
1.4.- Señales ultradébiles	20.
2.- Mepsicrón.	23.
2.1.- Descripción global del sistema.	23.
2.1.1.- Breve descripción del detector.	24.
2.2.- Electrónica asociada	28.
2.2.1.- Parte analógica.	31.
2.2.2.- Parte digital	32.
3.- Tarjeta de reloj	37.
3.1.- Descripción y funcionamiento de la tarjeta.	37.
3.2.- Relación con las otras tarjetas del sistema (señales).	44.

<b>4.- Experimento.</b>	<b>46.</b>
<b>4.1.- Descripción.</b>	<b>46.</b>
<b>4.2.- Resultados.</b>	<b>48.</b>
<b>4.3.- Conclusiones.</b>	<b>55.</b>
<b>Apéndice 1.</b>	<b>58.</b>
<b>Apéndice 2.</b>	<b>61.</b>
<b>Referencias.</b>	<b>62.</b>

## PROEMIO.

En esta tesis se plantean dos problemas que pueden ser resueltos con microscopía electrónica, pero que plantea a su vez, un problema en común que puede ser resuelto con ayuda del Mepsicrón. A continuación se presenta un panorama general.

El fenómeno de la catálisis con pequeños conglomerados de átomos, como el que se da en la refinación del petróleo, no ha sido resuelto en forma satisfactoria. Otro fenómeno que tampoco tiene una explicación definida, es el cambio de simetría en el crecimiento de ciertos cristales. Estos son problemas de superficie y en ambos casos se deben analizar partículas pequeñas, por lo cual se utiliza el microscopio electrónico en su estudio. Estos estudios se pueden iniciar observando en el microscopio la imagen de la muestra, o bien, su patrón de difracción.

Debido a que la información de interés se encuentra en la superficie, se deben utilizar métodos de realce en el microscopio, como lo es la técnica de haz débil. Estos métodos nos llevan a condiciones de trabajo en las que es necesario detectar señales ultradébiles. La detección de dichas señales es el problema en común que plantean las posibles soluciones, y se trata de resolver utilizando el detector tipo mepsicrón en el microscopio electrónico.

Dicho detector fue en principio ideado, en el Instituto de Astronomía de la UNAM, para la detección de fotones en observaciones astronómicas, pero ha demostrado ser útil en la microscopía electrónica en el Instituto de Física de la UNAM, ya que permite ver la formación de la imagen en el momento de la observación, así

como obtener información que por medios convencionales no es accesible [1]

Con el presente trabajo se colaboró en la construcción de la electrónica asociada al detector tipo Mepsicrón elaborando la tarjeta de reloj, la que permite que el sistema se maneje en forma síncrona.

El trabajo está organizado en cuatro capítulos:

- En el primer capítulo se describen y plantéan dos problemas físicos: explicar el proceso de la catálisis, y los cambios de simetría en el crecimiento de cristales. Explica también, a grosso modo, la formación de imágenes en el microscopio y la manera en que es posible utilizarlo para estudiar este tipo de problemas. Llegándose a que el uso del Mepsicrón puede ayudar en esta tarea.

- En el segundo capítulo se describe el funcionamiento del detector Mepsicrón y su electrónica asociada.

- El tercer capítulo trata del funcionamiento de la tarjeta de reloj, de la electrónica asociada, así como su relación con el resto del sistema.

- El cuarto capítulo se dedica a la descripción del experimento en el microscopio electrónico y los resultados obtenidos con el mepsicrón.

Se colaboró en este trabajo con miras a utilizar el Mepsicrón en forma permanente en el microscopio electrónico en el Instituto de Física de la UNAM.

## 1.- INTRODUCCION.

Dentro de la investigación, en física es necesario llevar a cabo observaciones, para así poder explicar fenómenos, o bien verificar teorías o modelos. Hoy en día ya no basta percibir directamente directa a través de nuestros sentidos dichos fenómenos. Por esto se ha hecho necesario el utilizar transductores o instrumentos de otra índole.

### 1.1.- Problemas a Resolver (partículas pequeñas).

A continuación se plantean dos problemas que requieren del uso de instrumentos de observación para su análisis.

El conocer en detalle la forma de las partículas pequeñas o pequeños conglomerados de átomos puede ayudar a resolver algunos problemas o explicar fenómenos en forma satisfactoria así como contestar preguntas fundamentales.

#### 1.1.1.- Catalizadores.

¿Porqué esta preocupación en obtener una descripción detallada de partículas pequeñas?. En este laboratorio es de interés el problema de las partículas pequeñas entre otras cosas usadas como catalizadores. Los catalizadores son útiles en procesos en los cuales de otra manera el llegar a un estado de equilibrio demandaría una gran cantidad de energía o bien en los que se necesita regular la velocidad con que ocurre una reacción.

Un ejemplo de un proceso en el cual se utilizan catalizadores [1], es la fragmentación de macromoléculas en otras moléculas más ligeras y de mejor aprovechamiento como es el caso de la transformación de productos derivados del petróleo. En el caso

de la refinación del petróleo se trata de pasar de un estado de equilibrio a otro más estable. Si este proceso se realizara sin ningún catalizador demandaría una gran inversión de energía para vencer la barrera de potencial que separa a los dos estados.

Se ha observado que la fragmentación de macromoléculas se produce espontáneamente si se ponen en contacto con una superficie metálica, pero dentro de los mismos metales se ha observado que no todos tienen la misma actividad catalítica por lo que existe cierta preferencia. También se ha notado que influye la estructura superficial, entendiéndose por esto último la disposición de sus átomos; en pues un problema de superficie. Este fenómeno se ha observado desde hace mucho tiempo pero no se ha explicado a satisfacción.

Los catalizadores (metales en nuestro caso) son más eficientes cuando son partículas muy pequeñas o pequeños conglomerados, ya que así existe exposición de una mayor superficie activa en relación al volumen.

Obtener una descripción en detalle de las partículas pequeñas y en concreto de su superficie es importante, pues con esto posiblemente se encuentre una relación entre la estructura superficial y la actividad catalítica explicando así este fenómeno.

Dado que el precio de los metales que se utilizan como catalizadores en la industria del petróleo son por lo general elevados, da una razón económica importante para encontrar una explicación a este fenómeno y así puedan sustituirse los catalizadores actuales por otros más baratos.

### 1.1.2.- Cambios de Simetría.

Otro problema importante a resolver se encuentra en el proceso de crecimiento de algunos metales, como el oro [2].

En el caso de oro se ha observado que crece como un cristal con simetría cinco ("fivefold symmetry") y que en determinado momento de su crecimiento, cuando ha alcanzado cierto tamaño, cambia a simetría cuatro con una estructura FCC (cúbica centrada en las caras), aunque no se tiene una explicación clara a este fenómeno tampoco se sabe cómo ni en que momento de su crecimiento ocurre este cambio.

En este problema también es importante conocer la estructura de los núcleos de crecimiento, que en sí son partículas pequeñas.

### 1.1.3.- Microscopio Electrónico como Solución.

Estos dos problemas, la influencia de la estructura de los catalizadores en el proceso catalítico y los cambios de simetría, son en principio estudiables con la ayuda del microscopio electrónico permitiendo ver en detalle la estructura de las partículas pequeñas.

La información de interés se encuentra en la superficie y se puede obtener a través del patrón de difracción y de la imagen pero en condiciones de baja intensidad, ya que la superficie en relación con el volumen aporta una contribución mínima al patrón y a la imagen, con esto se quiere decir que la interacción que los electrones tendrán con la superficie es mínima si la comparamos con la que tendrán en el interior de la muestra ya que el haz electrónico viajará más dentro de ésta. Es por esto que se requieren técnicas de realce en el microscopio electrónico y es

aquí donde encuentra una aplicación el detector desarrollado en el Instituto de Astronomía de la U.N.A.M., conocido como MEPSI-CRON (proviene de las siglas: Microcanal, Electrón, Posición, Sensor, con resolución temporal), ya que:

1.-Permite detectar señales débiles que se traducen en tener un flujo pequeño de electrones.

2.-Poder observar la imagen al irse formando, dando oportunidad al observador de decidir si vale o no la pena continuar con la observación.

Para tener una mejor idea de cómo el microscopio puede ayudar a resolver estos problemas, es necesario conocer como se forma la imagen en el microscopio, siendo éste el siguiente punto a tratar.

#### 1.2.- Formación de imágenes.

El microscopio electrónico ha permitido obtener ampliificaciones de unas 850 mil veces. Lo cual en sí demuestra que se trata de un instrumento muy útil y poderoso para la investigación. Este instrumento no solo permite obtener información de las muestras al amplificar su imagen ya que como se verá más adelante, éste sólo es uno de sus modos de operación, además permite observar el patrón de difracción de la muestra analizada.

El microscopio que interesa es del tipo de transmisión, en el que el haz de electrones se hace incidir a través de una muestra de espesor aproximado a unas cuantas decenas de Å.

A continuación se verá como es que se forman las imágenes en el microscopio electrónico de transmisión:

El haz electrónico que proviene de un cañón de electrones, pasa a través de unas lentes condensadoras (bobinas magnéticas) que permiten condensar, dentro de una región, y alinear, paralelo al eje óptico, al haz, para después hacerlo incidir sobre la muestra. Si ésta es un sólido cristalino, los electrones se difractarán al atravesarlo. Colocando una lente objetiva enfocada a la muestra se obtendrá en su plano focal el patrón de difracción de la muestra y en el plano imagen, la imagen del área iluminada por los electrones. Una explicación de como es que se forma la imagen se puede dar en términos geométricos.

Como se puede apreciar en la figura 1.1, de el haz incidente paralelo al eje óptico sobre la muestra, resultan el haz no difractado y los haces difractados por las distintas familias de planos. Estos últimos al pasar por la lente objetiva se reunirán sobre puntos en el plano focal de dicha lente, formándose el patrón de difracción y, más adelante (en el plano imagen) se reunirán todos los haces provenientes de un punto de la muestra para formar una imagen. Tenemos así dos planos de la lente objetiva que se pueden analizar: el primero es el plano focal y el segundo el plano imagen. En el primero tenemos el patrón de difracción que recibe el nombre de patrón de Fraunhofer y que, en primera aproximación, se trata de la transformada de Fourier del potencial atómico de la muestra [3]. En el segundo tenemos la imagen de la muestra. Se puede trabajar con el patrón de difracción o la imagen de la muestra.

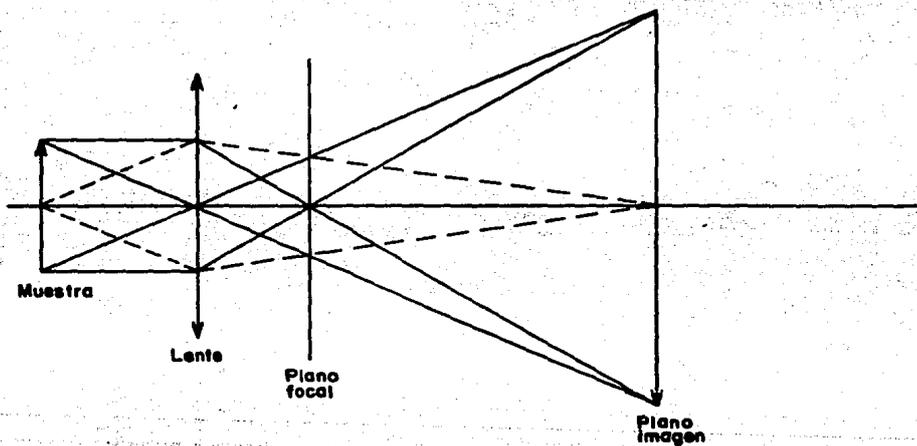


Figura 1.1.  
Formación de imágenes.

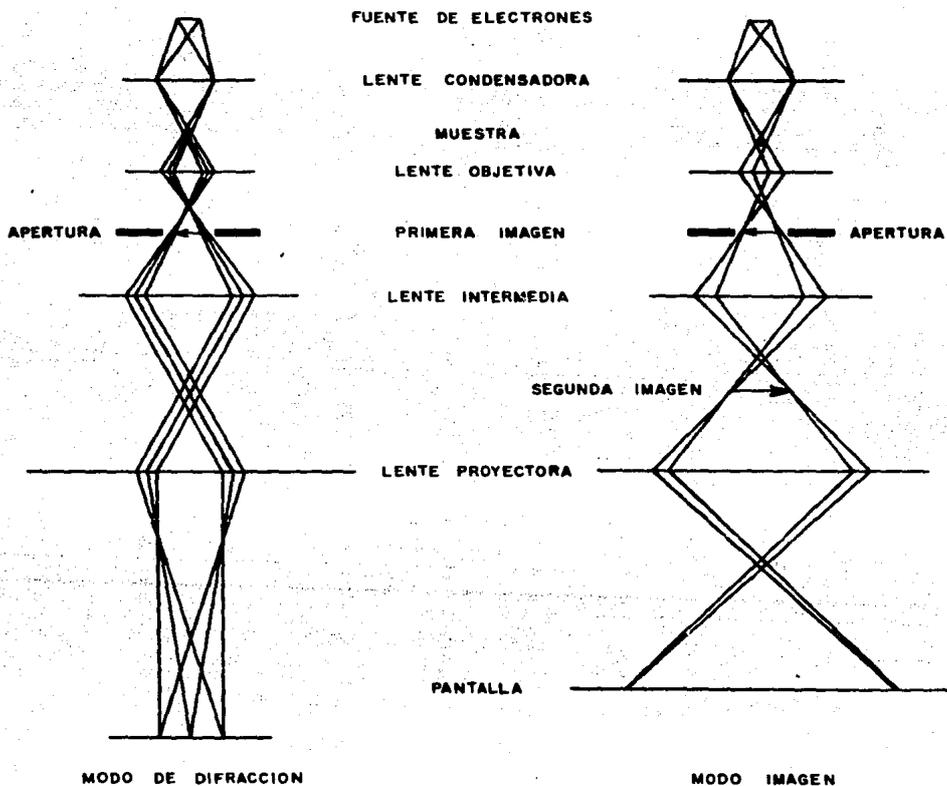
Si se decide trabajar con la imagen, ésta se puede reconstruir con distintos haces difractados, ya que después de la lente objetiva se realiza una selección de haces utilizando un diafragma en el plano focal de dicha lente. De esta manera se obtendrá una reconstrucción parcial de la imagen de la muestra que reflejará información referente a la familia de planos que difractaron los haces elegidos. Si la reconstrucción de la imagen se realiza con el haz transmitido se dice que se está realizando microscopía de campo claro y si es de los haces difractados entonces se realiza microscopía de campo oscuro. La amplificación de la imagen real formada se lleva a cabo por las lentes intermedias y proyectoras como se ilustra en la figura 1.2a, proyectándose la imagen amplificada en una pantalla fluorescente.

Quando se elige trabajar con el patrón de difracción obtenido de la muestra, el plano focal de la lente objetiva se amplifica obteniéndose una imagen de dicho patrón como se ilustra en la figura 1.2b.

Con esto se ha visto en una manera muy simplificada la formación de imágenes en el microscopio electrónico. Pero para entender cómo es que el microscopio electrónico puede ayudar en la resolución de los problemas que se plantearon, se hablará un poco de la teoría de difracción en el siguiente punto.

### 1.3.- Teoría de difracción

El propósito de esta sección es describir matemáticamente lo que ocurre cuando un haz de electrones interactúa con un cristal perfecto. Este problema se reduce en principio a encontrar las



a)

b)

Figura 1.2.

Trayectoria del haz en el microscópio electrónico a) presentando el patrón de difracción b) amplificando la imagen.

soluciones (estacionarias) de la ecuación de Schrödinger para el hamiltoniano adecuado, lo cual es difícil en tanto no se hagan una serie de aproximaciones que permitan obtener soluciones manejables pero apegadas a la situación física.

En la resolución de este problema se pueden utilizar dos teorías [4]:

a) La cinemática. En la cual se utiliza la aproximación de Born y que implica no considerar interacciones dinámicas entre haces.

b) La dinámica. En la cual se considera una solución que tome en cuenta a todos los haces difractados y sus interacciones.

El problema se plantea de la siguiente manera: un haz de electrones monocromático incide perpendicularmente a la superficie del sólido cristalino perfecto. Dicho haz lo podemos ver como una onda plana cuyos frentes de onda son paralelos a la superficie del cristal, que al pasar a través de éste se difracta.

Cuando los haces difractados por un cristal cumplen con la condición de Bragg, se observará que el patrón de difracción tendrá contraste óptimo; es decir, los puntos de interferencia constructiva serán distinguibles sin mayor problema de los puntos de interferencia destructiva (máximos y mínimos en intensidad, respectivamente). Si ahora nos alejamos de tal condición, la intensidad del punto de interferencia constructiva disminuirá.

La ley de Bragg se puede expresar como:

$$k - k_0 = g,$$

donde  $k_0$  es el vector de onda del haz incidente,  $k$  el vector de

onda del haz difractado,  $g$  un vector de la red recíproca. Dicha red se encuentra en lo que se llama el plano de Fourier o plano focal de la lente objetiva. El vector  $g$  es un vector normal a los planos de reflexión y cuya magnitud es  $1/d$  donde  $d$  es el espaciamiento entre la familia de planos reflectores [5].

Esta ecuación tiene su interpretación geométrica en la esfera de Ewald de cuyo centro parte  $k$  y  $k_0$ , si  $g$  que se encuentra sobre la red recíproca los une, se encuentra uno en la condición de Bragg (figura 1.3), en el caso de que  $g$  no una a  $k$  y  $k_0$  la condición de Bragg no se cumple. Una medida de qué tanto se desvía uno de la condición de Bragg la da el parámetro de desviación  $Bg$  que es el vector que une al vector de onda del haz difractado con el vector  $k_0 + g$  (que se encuentra sobre la esfera de Ewald).

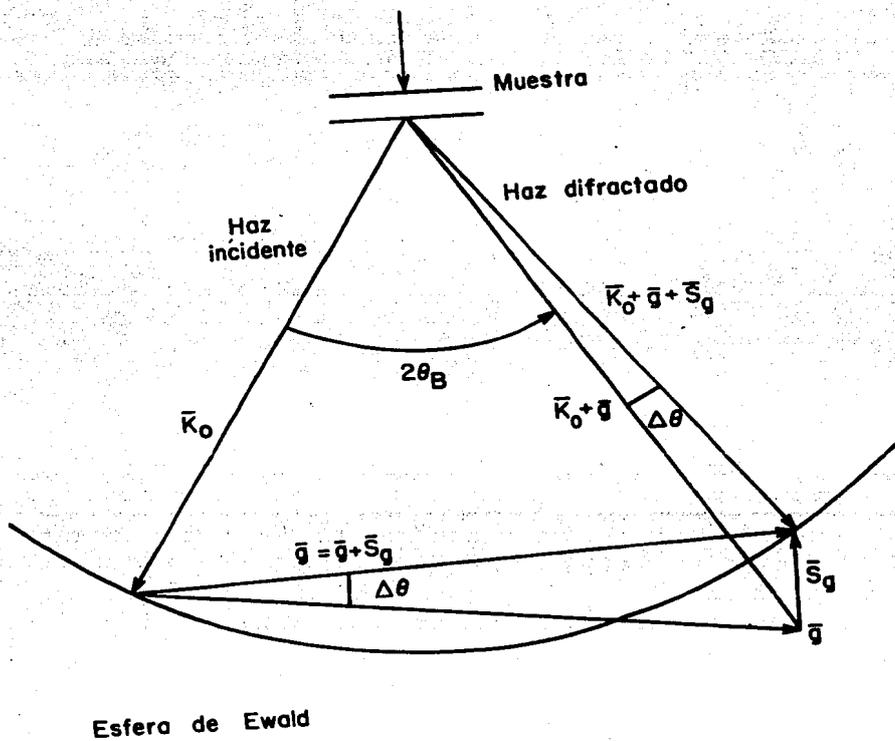
En la figura 1.4 se puede apreciar como es que la intensidad varía en función del ángulo de incidencia con respecto a los planos cristalinos (por tanto de  $Bg$ ).

### 1.3.1.- Solución del Hamiltoniano para un cristal perfecto con teoría dinámica.

La ley de Bragg no es suficiente para entender lo observado. Es necesario resolver la ecuación de Schrödinger [6].

$$\left[ \frac{\hbar^2 \nabla^2}{2m} + eV(r) \right] \psi = -eE_0 \psi, \quad (1)$$

donde el potencial representado es el potencial periódico del cristal. El tener un potencial periódico permite expresarlo



Esfera de Ewald

Figura 1.3.

Construcción de la esfera de Ewald (en la condición de Bragg  $B_g$  es cero).

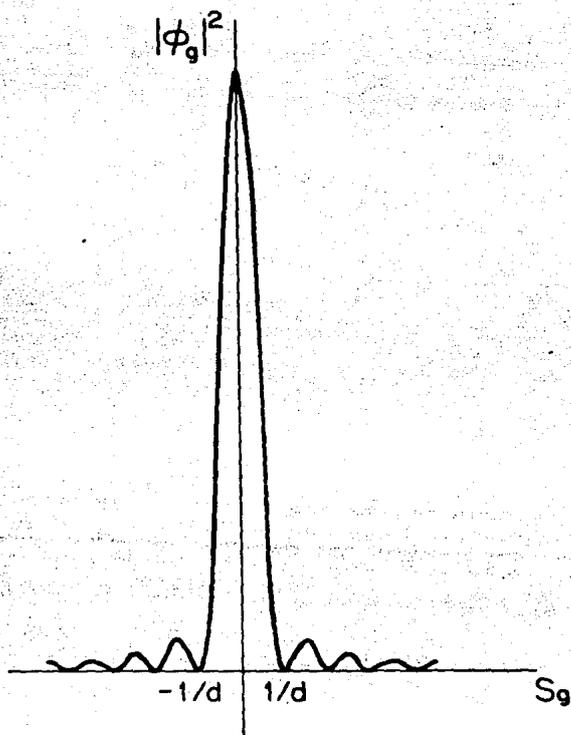


Figura 1.4.

Dependencia de la intensidad del haz difractado con respecto a  $S_g$ .

con una serie de Fourier de la siguiente manera:

$$V(r) = V_0 + \sum_{\mathbf{g}} V_{\mathbf{g}} e^{i\mathbf{g}\cdot\mathbf{r}}, \quad (2)$$

con  $V_0$  el potencial medio en el cristal y responsable de la refracción del haz al entrar o salir del cristal y  $V_{\mathbf{g}}$  es responsable de la reflexión debida a la respectiva familia de planos.

Haciendo, por conveniencia, la transformación  $U(r) = 2me/h^2 V'(r)$  con  $V'(r) = V(r) - V_0$ ,  $E' = E + V_0$  y  $k_0^2 = meE'/h^2$  obtenemos a partir de (1) y (2) la ecuación

$$[\nabla^2 + 4\pi^2 k_0^2] \psi = -4\pi^2 U(r) \psi. \quad (3)$$

En la teoría dinámica se consideran las interacciones entre los haces, sugiriéndose como solución una función de Bloch la cual tiene la periodicidad de la red y es de la forma:

$$\psi(r) = e^{i\mathbf{k}\cdot\mathbf{r}} \sum_{\mathbf{g}} C_{\mathbf{g}} e^{i\mathbf{g}\cdot\mathbf{r}} \quad (4)$$

Al sustituir dicha solución en la ecuación (3) haciendo un cambio en los índices y de origen obtenemos:

$$\sum_{\mathbf{g}} [ (k_0^2 - (k+\mathbf{g})^2) C_{\mathbf{g}} + \sum_{\mathbf{g}'} U_{\mathbf{g}-\mathbf{g}'} C_{\mathbf{g}-\mathbf{g}'} ] e^{i\mathbf{k}\cdot\mathbf{r}} = 0. \quad (5)$$

Por la independencia de las exponenciales:

$$(k_0^2 - (k+\mathbf{g})^2) C_{\mathbf{g}} + \sum_{\mathbf{g}'} (U_{\mathbf{g}-\mathbf{g}'} C_{\mathbf{g}-\mathbf{g}'} ) = 0, \quad (6)$$

con lo que tenemos un sistema infinito de ecuaciones, pero en la práctica se usan sólo las  $N$  ecuaciones que nos representan a los haces más intensos. La ecuación resultante relaciona los vectores de onda con las energías. Esta es la llamada "ecuación de

dispersión".

Hasta aquí se consideran las interacciones entre todos los haces, pero para nuestros propósitos el tomar la aproximación de dos haces es suficiente. En dicha aproximación son relevantes dos haces: el haz transmitido ( $C_0$ ) y un haz difractado ( $C_g$ ).

Con esta aproximación se reduce nuestro problema a sólo dos ecuaciones:

$$(k_0^2 - k^2)C_0 + U_{-g}C_g = 0 \quad (7)$$

y

$$U_g C_0 + (k_g^2 - (k+g)^2)C_g = 0. \quad (8)$$

Resolviendo este sistema [7] se tiene que en la superficie inferior de un cristal de espesor  $d$  las ondas resultantes serán:

$$Q_0(d) = e^{i\tau} e^{-\alpha d} [\cos(\tau d / (l \sin \theta)) - i \cos \theta \sin(\tau d / (l \sin \theta))] \quad (9)$$

para el haz transmitido y

$$Q_g(d) = e^{i\tau} e^{-\alpha d} i \sin \theta \sin(\tau d / (l \sin \theta)), \quad (10)$$

para el haz difractado, en donde se ha introducido el cambio de variable  $l \sin \theta = \cot \theta$  con  $l$  como la distancia de extinción y  $\theta$  el vector de desviación.

Si estamos en la condición de Bragg, se tiene que el vector de desviación  $\theta_g$  es igual a cero, entonces se cumple lo siguiente:

$$\cot \theta = 0 \Rightarrow \theta = \pi/2$$

y la intensidad de  $\theta_0$  estará dada por:

$$I = \text{sen}^2(\pi d/l). \quad (11)$$

Aquí se puede observar porqué a  $l$  se le llama distancia de extinción pues con  $d=1/2$  la intensidad decae completamente a cero. Algo más que se puede observar es que si tenemos un espesor  $d$  variable se obtendrán franjas claras y oscuras alternadamente y que se conocen como contornos de extinción que son zonas de espesor constantes. Para una  $\theta$  arbitraria la expresión para la intensidad de  $\theta_0$  será:

$$I = \text{sen}^2 \theta \text{sen}^2(\pi d / (l \text{sen} \theta)). \quad (12)$$

Se observa una disminución de la intensidad si  $\theta$  se aleja de  $\pi/2$  (por la modulación de la función seno), es decir, de la condición de Bragg. Pero también se observa un aumento en la densidad de contornos de extinción, con lo que es posible obtener una mayor resolución en la descripción topológica de la forma de la muestra pero con una intensidad más débil.

En la figura 1.5 se puede apreciar cómo se verían, según la teoría dinámica, los contornos de extinción en la imagen de un cristal cuyo espesor varía. Con esto se ve cómo es posible conocer la topología de la muestra obteniendo información en  $Z$  (dirección del haz incidente), cuando se cuenta con su imagen, con el microscopio electrónico, ya que, los contornos de extinción darán información de la forma de la superficie de la muestra.

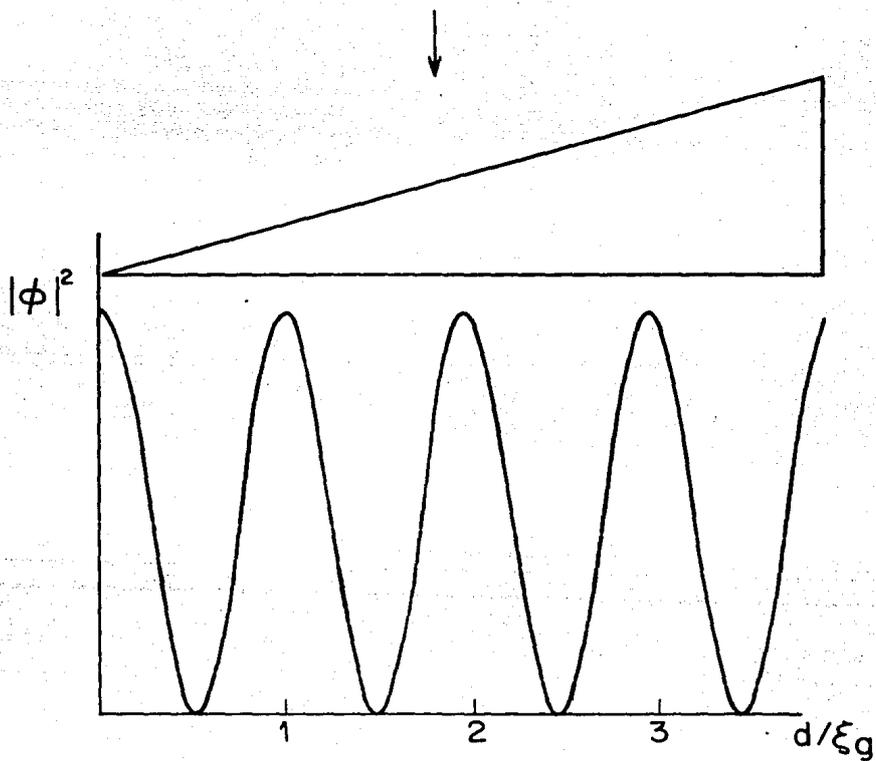


Figura 1.5.

Variación de la intensidad con respecto al espesor de la muestra.

En la figura 1.6 se observa como conforme se aleja de la condición de Bragg la frecuencia de los contornos de extinción aumenta y la intensidad disminuye.

### 1.3.2.- Factor de Forma.

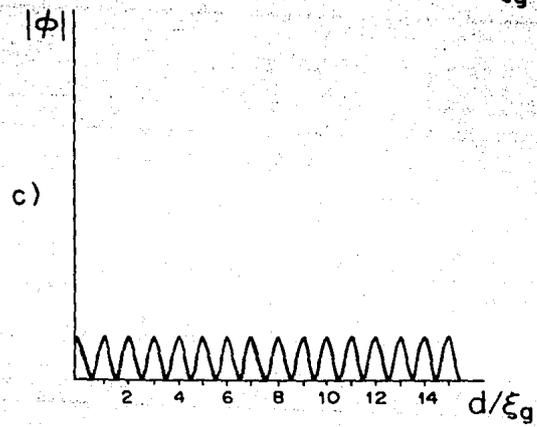
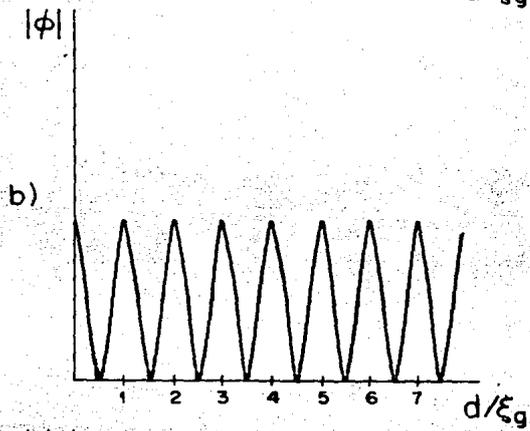
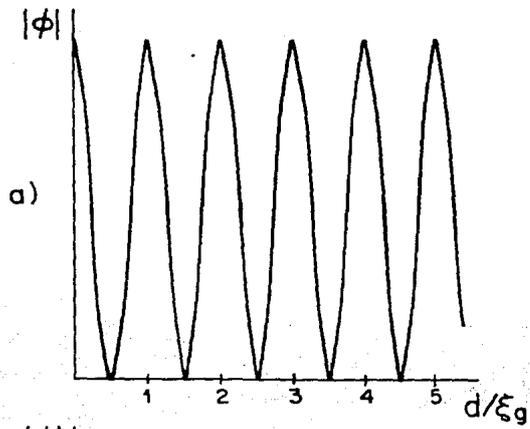
Pero, ¿qué sucede cuando se tiene una muestra en extremo pequeña?. Cuando la muestra es muy pequeña no difracta lo suficiente como para formar una imagen con suficiente intensidad para ser visible; en tal caso, es preferible quedarse con el patrón de difracción y tratar de obtener información a partir de éste. Cuando obtenemos el patrón de difracción obtenemos la transformada de Fourier del potencial atómico de la muestra. Esto es, si se tiene un cristal perfecto e infinito, se puede describir como un conjunto infinito de deltas de Dirac cuya transformada nos daría otra familia de deltas (las cuales no tendrían forma) [8]. En la realidad no tenemos cristales perfectos e infinitos por lo que es necesario multiplicar al potencial del cristal teórico por una función de corte, la cual tiene que ver con la forma de la muestra. Aplicando la transformada de Fourier al producto se obtiene un conjunto de puntos con forma que representan al patrón de difracción. Esto es, si consideramos las simetrías que introduce el considerar al cristal perfecto e infinito, al cristal finito lo podemos describir como:

$$f(x) = g(x) \sum_{-\infty}^{\infty} \delta(x-na) \quad (13)$$

Donde  $g(x)$  es la función de corte debida a la forma de la muestra y el segundo factor representa al cristal perfecto

Figura 1.6. (en la siguiente hoja).

Comportamiento de la intensidad de la imagen, conforme se aleja de la condición de Bragg, a)  $\theta$  vale  $3/7$  de radian, b)  $\theta$  vale  $2/7$  de radian, c)  $\theta$  vale  $1/7$  de radian,



Entonces, la transformada de Fourier dará:

$$F(u) = \int_{-\infty}^{\infty} G(u) * \delta(u-h/a) / a \quad (14)$$

que es la convolución de  $G(u)$  (transformada de Fourier de  $g(x)$ ) y la transformada de Fourier del factor debido a las deltas, que es otra suma de deltas, de tal manera que lo que era sólo un punto ahora tendrá forma debido a  $G(u)$ . Pero, los puntos del patrón aunque con forma, serán de una intensidad poco apreciable por lo pequeño de la muestra.

Las franjas de extinción y la forma de los puntos del patrón de difracción permiten conocer la forma de las partículas pequeñas como son: pequeños conglomerados de átomos y núcleos de crecimiento.

#### 1.4.- Señales ultradébiles.

Con la idea de cómo se lleva a cabo la formación de imágenes en el microscopio electrónico se puede hablar de la técnica llamada de haz débil (WEAK BEAM CONDITION) [9], la cual se trabaja en el modo imagen del microscopio, en dicha técnica se coloca una muestra pequeña en el microscopio para observar su imagen llevándola previamente a la condición en la cual se observen el mayor número de franjas de extinción posibles.

Si la muestra tiene espesor variable forma, entonces se observarán las franjas de extinción que se pueden ver como curvas de nivel que denotan una misma altura en la muestra.

El contraste entre estas zonas es máximo pero la resolución es mínima cuando el haz incidente cumple con la condición de

Bragg. Pero como se vió antes, es posible aumentar la densidad de las franjas de extinción desviando la muestra de la condición de Bragg con una reducción en la intensidad de la imagen y, como lo que se desea es conocer la topología de la muestra con un máximo de detalles, se persigue precisamente aumentar la densidad de franjas. Esto plantea un serio problema pues al aumentar la densidad de franjas de espesor y lograr una descripción más completa, desviándose de la condición de Bragg, se sacrifica intensidad en la imagen.

La técnica anterior funciona sólo cuando se tienen partículas que permitan la obtención de una imagen en el microscopio. Pero existen casos en los que la muestra es tan pequeña que la intensidad de la imagen reconstruida es demasiado débil debido a la escasa dispersión que produce, como en el caso de los catalizadores, por lo que se trabaja con el patrón de difracción.

Si se analiza la forma de los puntos del patrón de difracción será posible conocer la forma de la partícula ya que, como se vió antes, la forma de los puntos del patrón de difracción dependerá de la forma de la muestra. Pero aquí también existe un problema con la intensidad de los puntos del patrón de difracción, ya que si la muestra es muy pequeña, aquellos son muy débiles.

Con ésto se encuentran dos posibles soluciones al problema de conocer con detalle la topología de las partículas pequeñas, pero que llevan a analizar señales ultradébiles, por lo que se necesita de un detector que sea capaz de desempeñar esta tarea con eficiencia.

En México, en el Instituto de Astronomía se desarrolló un

sistema con la capacidad de detectar señales ultradébiles en el microscopio electrónico, a pesar de ser un detector de fotones: el MEPSICRON [10].

- 1.- Referencia 2.
- 2.- Referencia 3.
- 3.- Apéndice 1.
- 4.- Referencia 4.
- 5.- Referencia 5.
- 6.- Referencia 6.
- 7.- Referencia 7.
- 8.- Referencia 8.
- 9.- Comunicación personal del Dr. David Romeu.
- 10.- Referencia 1.

## 2.-MEPSICRON.

### 2.1.- Descripción global del sistema.

El mepsicrón es capaz de detectar, con una alta probabilidad, cada partícula de radiación que incide sobre él, señalando las coordenadas de la partícula en el momento de su detección, siendo relativamente alta la resolución que se obtiene [1] (alrededor de 50  $\mu\text{m}$ ). En la siguiente tabla podemos ver las características del detector MEPSICRON.

Díámetro del área sensible	25 mm
Ventana del fotocátodo	Cuarzo
Fotocátodo	Multialcalino
Resolución espacial (6000 Å)	42 $\mu\text{m}$ FWHM 25 $\mu\text{m}$ tamaño pixel
Tiempo de resolución	200 ns
Corriente oscura (-30°C)	50 conteos/seg 1 conteo/pixel cada 5 horas
Tasa máxima de conteo (imagen difusa)	$3 \times 10^6$ conteos/seg (3 $\mu\text{s}$ tiempo muerto)
Tasa máxima de conteo (imagen puntual)	50 conteos/seg pixel
Variación local en la sensibilidad	$\leq 5\%$
Intervalo dinámico	$\geq 10^6$ (limitado por la memoria)
Corrección por linealidad	Uniforme
Formación de la imagen en tiempo real	Sí

El mepsicron está formado principalmente por: el detector y su electrónica periférica, en la cual se procesa la información que genera el detector.

### 2.1.1.- Breve descripción del detector.

El detector Mepsicrón codifica las coordenadas de la posición de arribo de las partículas incidentes en su superficie.

Al detector lo podemos dividir en 3 componentes:

- 1.- Fotocátodo.
- 2.- Amplificador de electrones.
- 3.- Anodo.

En la figura 2.1 puede apreciarse un esquema del detector.

El primero, trabaja transformando los fotones incidentes en electrones para que los pueda detectar la siguiente etapa.

La segunda consiste en un conjunto de placas microcanales que trabajan como un amplificador de electrones de muy alta ganancia y bajos niveles de ruido.

Cada placa es una especie de haz provisto de alrededor de un millón de detectores elementales o fotomultiplicadores distribuidos en una superficie de un círculo de apenas 25 mm de diámetro ( $8 \times 10^6$  pixeles) lo que permite obtener un tubo de imágenes de alta calidad, capaz de amplificar grandemente la intensidad de la imagen fotoelectrónica.

Cada canal multiplicador funciona como un tubo fotomultiplicador con un dínodo continuo, donde al entrar un electrón se verá acelerado por el potencial aplicado en los extremos del canal chocando con la pared de éste y provocando un desprendimiento de electrones que a su vez se verán acelerados y al chocar con la pared provocarán nuevos desprendimientos. Al repetirse este proceso se producirá a la salida una nube de electrones que serán interceptados por el ánodo resistivo. Una multiplicación efi-

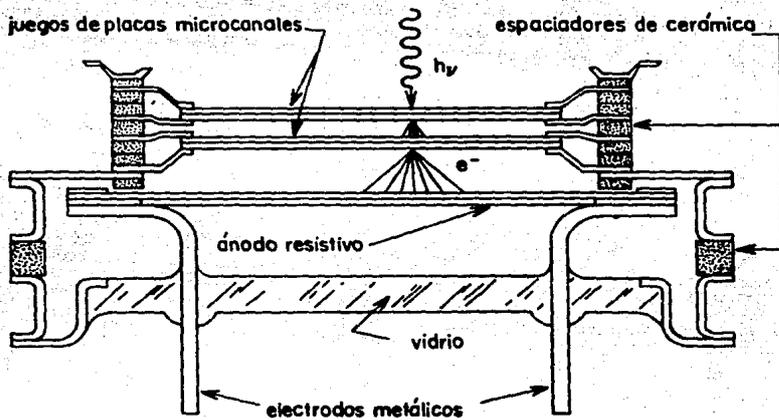


Figura 2.1.

Diagrama del detector tipo Mepsicrón.

ciente requiere que la pared del canal sea de material con alto coeficiente de emisión secundaria y ligeramente conductor para poder reemplazar la carga eléctrica removida.

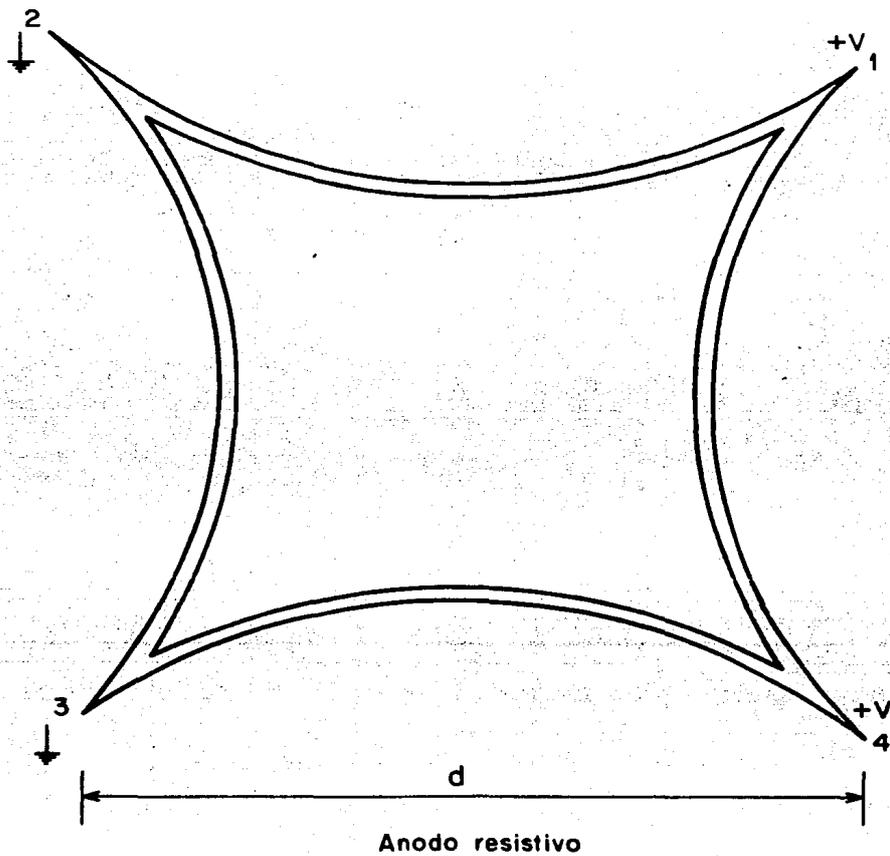
Como se dijo, se tiene un conjunto de placas microcanales, formado por un arreglo de dos placas (arreglo V) y otro de tres (arreglo Z), esta configuración y el potencial inverso aplicado en el espacio libre de los arreglos, dá como resultado una distribución de altura de pulsos gaussiana, esta distribución de altura de pulsos permite usar al detector en modo de conteo de pulsos, ya que indica que la probabilidad, tanto de los eventos que produzcan un pequeño número, cómo la de los que produzcan un número elevado de electrones, es pequeña.

El ánodo resistivo es una placa de mediana resistividad sobre la cual se dispersa la carga procedente del conjunto de placas microcanales cuyas esquinas se conectan a circuitos electrónicos para la decodificación de la posición de incidencia de la nube electrónica y la obtención de una representación analógica o digital de dicha posición. Existe una variedad de ánodos resistivos, pero en esta aplicación se ha utilizado el de bordes curvos el cual permite obtener en su superficie un campo eléctrico uniforme al aplicar un potencial en sus esquinas (+V en 1,4 y tierra en 2,3) como se ve en la figura 2.2. En cada una de estas esquinas se obtendrá parte de la carga dispersada dependiendo de la posición del evento, la cual se puede calcular, utilizando las expresiones siguientes:

$$\frac{x}{d} = \frac{I_1 + I_2}{I_1} \quad ; \quad \frac{y}{d} = \frac{I_1 + I_2}{I_1}$$

Figura 2.2.

Diagrama del ánodo resistivo.



donde  $I_i$  = intensidad de corriente que fluye por la terminal  $i$  del ánodo ( $i=1,2,3,4,$ ).  $d$  = distancia entre esquinas contiguas. y  $x,y$  = coordenadas del punto de incidencia de la carga sobre el ánodo.

Como se puede apreciar, en la decodificación de la posición se realizan tres sumas y dos divisiones. Las sumas se realizan en forma analógica y las divisiones de manera digital.

La decodificación de la posición de un evento la realiza el sistema llamado analizador de posición de pulsos (APP).

A la posición de un evento se le asocia una localidad en una memoria de gran capacidad, cuyo contenido se ve incrementado con cada nuevo evento ocurrido en la misma posición; los datos almacenados en la memoria se pueden leer para desplegarse en un monitor de alta resolución.

El sistema tiene conectada una computadora para el procesamiento de datos pasando a la computadora por la interfase APP-computadora y retornando por la interfase computadora-memoria.

En la figura 2.3 se muestra un diagrama de bloques del sistema.

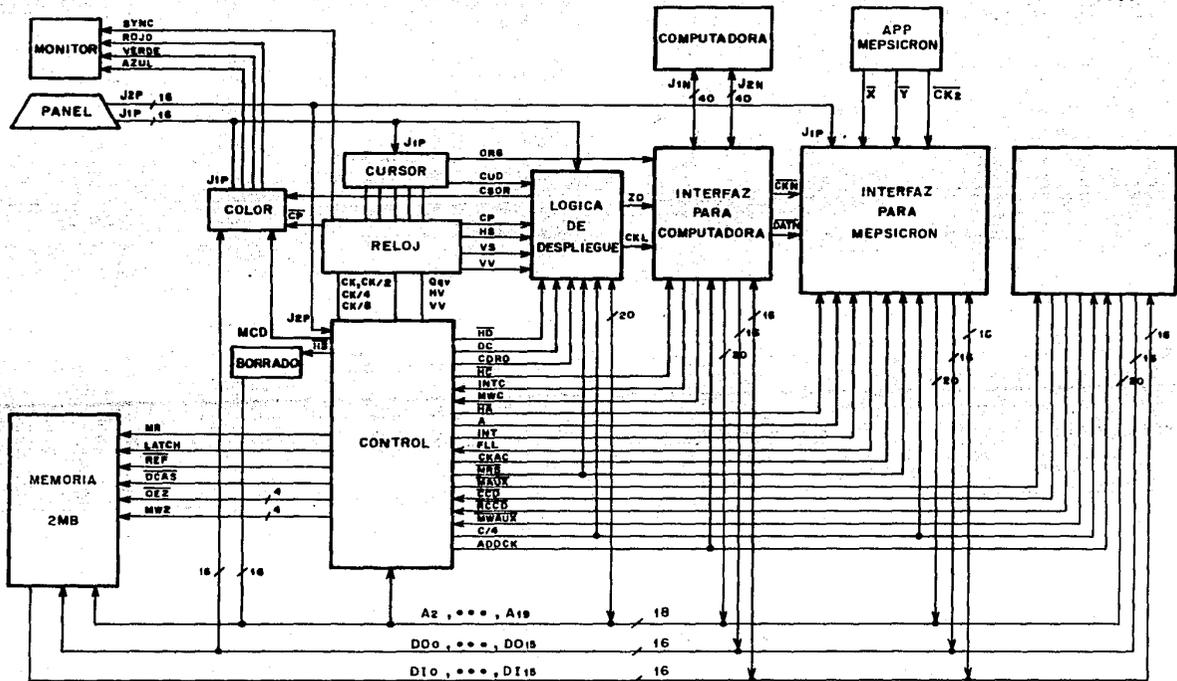
A continuación se hará una descripción de la parte electrónica.

## 2.2.- Electrónica asociada.

Las señales son procesadas por el Analizador de Posición de Pulsos (APP), el cual consta de preamplificadores (dan una señal de voltaje proporcional a la carga emitida en cada esquina del ánodo), muestreadores, convertidores analógico/digital, divisores digitales y convertidores digital/analógico (este último permite

**Figura 2.3. (en la siguiente hoja)**

**Diagrama de bloques del sistema de detección tipo Mepsicrón.**



monitorear con un osciloscopio auxiliar las coordenadas del evento) [2].

### 2.2.1.- Parte analógica.

Los preamplificadores (uno para cada esquina), los cuales amplifican las señales generadas por el ánodo resistivo en realidad constan de tres etapas: el preamplificador propiamente dicho, un amplificador y un corrector de línea base. Las señales que los controlan son: COMP que se trata de un pulso de compensación que permite corregir los pulsos transitorios debido a capacitancias parásitas, RES que permite restablecer y prepara al circuito para la detección del siguiente evento en la primera etapa y HLB que habilita al corrector de línea base.

La siguiente etapa en el APP lo constituyen tres circuitos sumadores (uno por cada suma necesaria), tres convertidores analógico/digital (12 bits y alta velocidad) y dos divisores digitales rápidos con número de iteraciones programable.

Las señales obtenidas en los preamplificadores ( $S_{2u}$ ) se envían a los sumadores donde se seleccionan las que se han de utilizar. El circuito sumador consta de una etapa preamplificadora, un seguidor-muestreador de señal (TRACK/HOLD) y un corrector de línea base. La suma de las cuatro señales obtenidas en los preamplificadores se alimenta a un circuito comparador que verifica que la señal se encuentre entre ciertos niveles; si tal es el caso, se lleva a cabo el muestreo y la conversión digital de la señal. Este circuito genera las señales: HLB, CONV, COMP y RES; HLB habilita los correctores de línea base, H/T indica al seguidor que conserve la señal presente, CONV indica al convertidor

analógico-digital el comienzo de la conversión, COMP corrige los pulsos transitorios y RES restablece la señal de salida en los preamplificadores.

Después del circuito muestreador, las señales se envían, para su conversión digital, a convertidores analógico/digitales ultrarrápido (MAB-1202) de 12 bits.

#### 2.2.2.-Parte digital.

El dato digital se alimenta a los divisores digitales, uno para X y uno para Y, a los que además se les suministra una señal de reloj. Los resultados de la división (actualmente 10 bits por cada coordenada), que representan las coordenadas (x,y) son enviados en serie al sistema de cómputo o a la interfase APP-memoria, también se obtiene una representación analógica para su despliegue en un osciloscopio auxiliar.

De esta manera las coordenadas de cada punto de incidencia también lo serán de una localidad de memoria la cual se accederá e incrementará en uno cuando en la posición X,Y correspondiente se ha recibido un fotón.

En este momento se tienen 10 bits para la coordenada en X y otros tantos para Y, lo cual da una capacidad de direccionamiento de  $2^{20}$  localidades y con 16 bits por localidad, es necesario tener una memoria de 2 Megabytes.

La memoria debería tener un tiempo de acceso de 100 ns para permitir el despliegue de  $512 \times 512$  datos en un monitor en 33ms, que es el tiempo de cuadro típico. Como en el momento del diseño del sistema no existían memorias con tal rapidez de acceso, se utilizó un conjunto de 8 tarjetas de memoria de 256 bytes cada

una, con un tiempo de acceso de 400ns, que junto con la técnica de entrelazado de memoria, que consiste en direccionar, en este caso, cuatro localidades contiguas de memoria al mismo tiempo para ser desplegadas una por una, permitio cumplir con este requerimiento.

Cada tarjeta de memoria consta básicamente de una matriz de memoria, un sistema de control, decodificación y receptores de datos y direcciones (registros). Cada matriz de memoria consta de 32 circuitos de RAM, con capacidad de 64 Kbits cada uno, organizados en 4 bancos de 8 circuitos. La lógica de control y decodificación de la memoria genera las señales para acceder la matriz de memoria y para los circuitos de recepción de datos y direcciones.

Debido a que se trata de una memoria dinámica se deben tomar en cuenta, además de los ciclos de lectura y escritura, el refresco de cada elemento de memoria al menos cada 2 ms. Un circuito externo proporciona el refresco de manera independiente

En el proceso de lectura interviene la señal MEMR (lectura a memoria) y en el proceso de escritura se envía primero la señal MEMR (leer en memoria) y después la señal MEMW (escribir en memoria).

El circuito de control genera en cada ciclo de lectura y escritura las señales RAS y CAS que indican si la dirección presente a la entrada de la memoria corresponde a un renglón o a una columna repectivamente.

Dado que durante el despliegue de una imagen no es accesada toda la memoria, para refrescarla se ha implementado en forma ex-

terna un circuito que genera la señal RFSH, la cual permite a todos los bancos recibir la señal RAS e inhibe la producción de CAS, refrescando con cada pulso de RAS todo el renglón determinados por los bits menos significativos del ducto de direcciones de los cuales se apodera un contador en los ciclos de refresco.

Ahora bien la memoria puede ser requerida por la lógica de despliegue, la lógica de borrado, la interfase para Mepsicrón, la interfase para computadora, la lógica de refresco y una interfase auxiliar para otro detector. El encargado de la asignación de la memoria a las distintas instancias es el circuito de control que actúa en base a un reloj maestro con lo que el sistema es totalmente síncrono.

A continuación se describirá brevemente cada una de las funciones de cada una de las interfaces del sistema.

La interfase memoria-monitor realiza la lectura de los datos en la memoria para presentarlos en el monitor generando una serie de señales, así como la dirección de la localidad a desplegar las cuales tendrán que sincronizarse de acuerdo con la amplificación (la cual la controla el ZOOM desde el tablero) y el segmento de memoria elegidos de antemano. Las señales CK1 (reloj principal con una frecuencia de 10 MHz.) y HV, que indica que una línea se está desplegando, se suministra desde la tarjeta de reloj y generan las señales necesarias para sincronizar la lectura de memoria, para que, durante el despliegue de un campo se direccionen las líneas pares y en el otro las impares, si la amplificación en Y es mínima, y si se requieren otras amplificaciones se repitan una o más veces la misma línea.

La interfase memoria-minicomputadora permite a la minicomputadora leer o escribir datos en memoria, leer las coordenadas del punto de intersección del cursor y programar el tamaño y la posición del segmento de memoria requerido. En una sola transferencia se pueden manejar de 1 a 1024 datos.

La interfase APP-minicomputadora permite a la computadora obtener en forma directa los datos del APP sin necesidad de leer los de memoria. La interfase recibe los datos en serie para pasarlos en paralelo al ducto de datos de la minicomputadora, la cual puede incrementar el contenido de la localidad correspondiente en memoria (a través de la interfase memoria-minicomputadora), procesar una imagen completa para su posterior almacenamiento o bien escribir el dato en algún otro dispositivo de almacenamiento.

Otras partes integrantes del sistema son:

- La tarjeta de reloj, encargada de generar las señales de sincronía necesarias para el sistema.
- La tarjeta generadora de pseudocolor, la cual asocia a cada pixel desplegado un color según el contenido de la localidad de memoria correspondiente. La elección de la escala de colores se realiza desde el panel de control. La asignación del color se lleva a cabo direccionando, con 8 de los 16 bits del dato de la localidad de memoria, una localidad en ROM de la que se obtiene un dato de 8 bits de los cuales tres corresponden al verde, tres al rojo y dos al azul, los cuales se pasan a un convertidor digital-analógico con terminación a 75 ohms para su acoplamiento al monitor. Utilizar sólo 8 bits en el despliegue permite elegir

por medio de un escalamiento la parte de los 16 bits de datos con los que se reconstruirá la imagen en el monitor. Existen 16 colores que van del negro, azul, verde, amarillo, naranja, rojo al blanco, en forma logaritmica o en forma lineal.

La tarjeta de cursor que permite generar dos líneas perpendiculares sobre la pantalla del monitor con contadores que reciben pulsos del panel (asociados con el número de pixeles que se desea se mueva el cursor) con los cuales se incrementan o decrementan las cuentas dependiendo de la dirección en que se desea se mueva el cursor. De tal manera que cuando se va a desplegar un punto correspondiente al cursor se genera un pulso que produce una intensidad máxima en los colores originando dos líneas blancas perpendiculares. El mismo dispositivo se utiliza también para movimientos de la ventana por lo que solo se opera en un modo a la vez. También genera un pulso (ORG) que indica cuando se tienen las coordenadas de la intersección del cursor.

1.- Referencia 9.

2.- Referencia 10.

### 3.- TARJETA DE RELOJ.

#### 3.1.- Descripción y funcionamiento de la tarjeta.

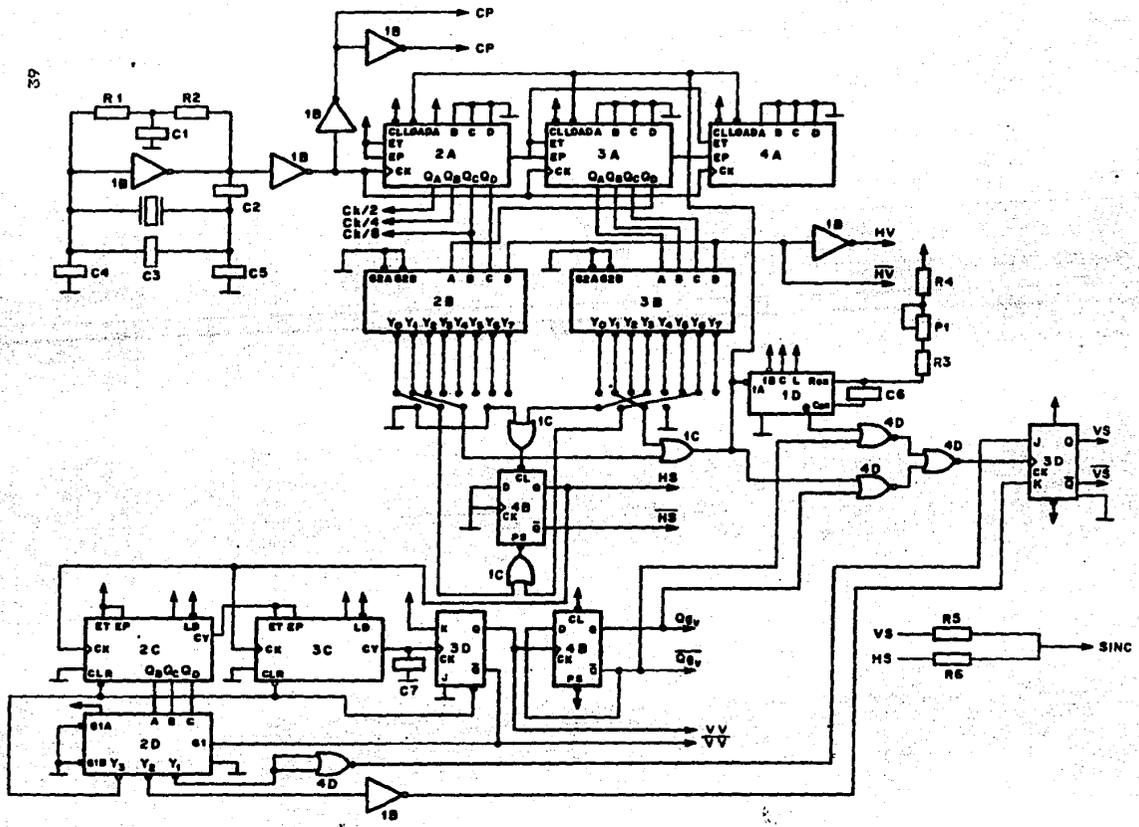
La tarjeta de reloj genera las siguientes señales: CP (reloj principal), HV (video horizontal), VB (sincronía vertical), HB (sincronía horizontal),  $Q_{ev}$  (selector de campo) y VV (video vertical) con sus respectivos complementos así como CK/2 (CP entre 2), CK/4 (CP entre 4), CK/8 (CP entre 8) y SINC (sincronía compuesta) [1].

El reloj maestro del sistema (CP) lo proporciona un cristal de 10 Megahertz, que es la frecuencia de pixel y que permite barrer 512x512 puntos en la pantalla del monitor en 33 mseg. A partir de esta señal se obtienen la señales CK/2, CK/4 y CK/8 por medio de un contador, sus frecuencias son: un medio, un cuarto y un octavo de CP respectivamente.

Un diagrama del reloj se puede observar en la figura 3.1 [2].

El contador que genera las fases de reloj (2A), junto con otros dos contadores (3A, 4A) del mismo tipo conectados en cascada producen la señal de habilitación de video horizontal (HV) que permite el despliegue de 512 localidades contiguas de memoria (gracias al entrelazado de la memoria) en una línea de la pantalla, pues HV tiene una duración de 51200 ns. Los contadores 2A, 3A y 4A, a su vez, generan las señales que permiten generar las fases  $\Phi_1$  y  $\Phi_2$  a través de

**Figura 3.1 (en la siguiente hoja)**  
**Diagrama de la tarjeta de reloj del sistema.**



dos multiplexores (2B,3B). Estas fases permiten generar la señal sincronía horizontal (HS) que indica el fin de cada línea en el barrido. HS se desactiva 4800 ns después de desactivarse HV y permanece en este estado otros 4800 ns.

Los multiplexores también generan la señal de carga a los contadores 2A,3A y 4A con lo que se inicia el barrido de una nueva línea, habilitándose de nuevo la señal HV.

La señal HS sirve de reloj para los contadores de línea (2C,3C), los cuales cuentan 256 líneas (pulsos de HS) y desactivan la señal habilita video vertical VV, la cual permaneció activa durante el despliegue de 256 líneas y multiplexada por 2D hacia el flip-flop j-k 3D.

El multiplexor detecta que ha transcurrido el equivalente al despliegue de dos líneas (102400 ns) y prepara con  $\phi_2$  al flip-flop j-k 3D para hacer que baje la señal de sincronía vertical VS, la cual, activada después del equivalente al tiempo de despliegue de dos líneas (102400 ns), indica que debe iniciarse el retroceso de línea (VS).

El momento en que debe suceder el cambio en VS dependerá del campo que se esté desplegando, ya que se desea realizar un entrelazado en la pantalla del monitor desplegando primero el campo par y después el campo impar, la señal LOAD inicializa a los contadores 2A, 3A, 4A y además dispara al monostable 1D y dependiendo del campo ha desplegar, lo cual lo indica  $Q_{\uparrow V}$ , la señal LOAD o la producida en el monostable será la que se utilice como reloj para producir a VS, siendo  $\phi_2$  y  $\phi_1$  generadas por 2D, las que

determinan que aparecerá en la salida de 3D. El monoestable permite ajustar el tiempo de retraso con el potenciómetro P1 al equivalente a media línea, de tal manera que, si el campo es par, el cambio en la sincronía vertical (VS) se dá con LOAD y si se trata de un campo impar el cambio en la sincronía vertical se da media línea después, con el retraso introducido por el monoestable, con lo que se logrará desplegar 512 líneas entrelazadas.

La señal  $D_{\downarrow}$  se genera con un flip-flop D (4B) que tiene como entrada la señal de habilita video vertical (VV) cambiando de estado con cada transición de ésta.

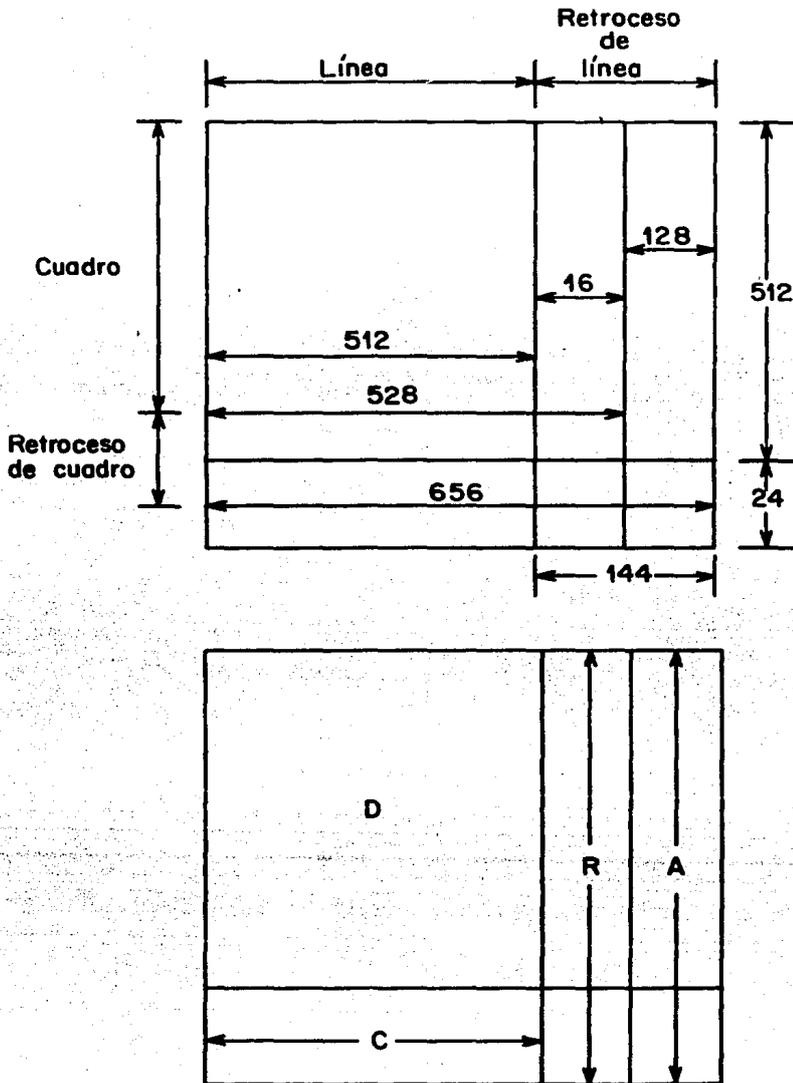
Cuando el mutiplexor (2D) detecta que ha transcurrido el equivalente a seis líneas de barrido (307200 ns) restablece los contadores de líneas 2C,3C y activa la señal de habilita video vertical (VV).

La distribución de tiempos de memoria a las distintas instancias se puede apreciar en la figura 3.2 en la cual se puede observar como es que el despliegue en el monitor ocupa la memoria gran cantidad de tiempo. También se puede apreciar como los tiempos en los que no se despliegan en el monitor se asigna el tiempo a las otras instancias para refrescar la memoria o modificar su contenido.

La señal SINC se obtiene con las señales de sincronía vertical (VS) y sincronía horizontal (HS) las cuales se suman resistivamente obteniéndose una señal de sincronía compuesta, siendo está la que se alimenta al monitor y le indica cuando se debe realizar un retroceso de línea y un retro-

**Figura 3.2. (en la siguiente hoja)**

**Diagrama de distribución de tiempo de memoria a las distintas instancias: (D) despliegue, (R) refresco, (A) acceso para actualizar datos desde Mepsicrón, (C) computadora.**



Distribución de tiempo de memoria a las distintas instancias .

ceso de cuadro.

### 3.2.- Relación con otras tarjetas del sistema.

Las señales generadas por la tarjeta de reloj se utilizan para sincronizar el sistema y para generar con la lógica de control las señales que permitan determinar a quién corresponde el manejo de la memoria.

La lógica de control se alimenta con las siguientes señales provenientes de la tarjeta de reloj: CK/8, CK/4, CK/2,  $\phi_0^1$ ,  $\phi_0^2$ ,  $\phi_1^2$ , HV,  $\phi_{00}$ , VV, VV, CP, HS, y VS.

Las señales generadas por la lógica de control son:

D.- Indica que el despliegue tiene el control de la memoria y su ecuación de control, que está definida por las señales habilita video vertical activo (VV), habilita video horizontal activa (HV) y computadora tiempo completo desactiva (CTC) es:  $D = VV \cdot HV \cdot \overline{CTC}$ .

R.- Indica que se están llevando a cabo 4 ciclos de refresco, que ocurren en el retroceso de línea.

C.- Indica que la memoria se ha asignado a la microcomputadora y su ecuación de control está dada por las señales habilita video vertical activo, o computadora tiempo completo activo y habilitación de video horizontal inactivo siendo entonces su ecuación de control:  $C = \overline{HV} \cdot (VV + CTC)$ .

Haux.- Permite que la memoria sea manejada por el detector auxiliar. Su ecuación lógica, que está dada por las señales CCD (dispositivo de acoplamiento capacitivo) activo

o detector auxiliar activo, sincronizándose con la transición positiva de  $S_1$ , que es una fase afín a  $CK/4$  pero con un retraso de 100 ns, con lo cual su ecuación lógica queda:  $M_{AUX} = S_1 \uparrow (CCD + AUX)$ . ( $\uparrow$  transición positiva).

A .- Indica que la memoria es accesada 16 veces por la interfase del mepsicrón para alterar su contenido y también se genera durante el retroceso de línea.

AC .- Es la señal C sincronizada con  $S_1$ .

El tiempo destinado al despliegue puede destinarse a la computadora, si se dá la señal CTC; también puede dársele acceso para ser modificada si la memoria intermedia de acceso FIFO se llena (FLL) y se este integrando (INT).

HA, HD, HR .- Son las señales A, D y R sincronizadas con  $S_1$  respectivamente.

Y alimenta a la tarjeta de cursor con las fases y señales de sincronía (VV, HS, VS, HV, CP,  $Q_{\downarrow}$  y sus complementos) necesarias para la generación del cursor.

A la lógica de despliegue le proporciona las señales CP, HS, VS y VV.

1.- Referencia 10.

2.- Las componentes utilizadas se pueden consultar en el apéndice 2.

#### 4.- EXPERIMENTO.

##### 4.1.- Descripción.

El microscopio electrónico utilizado en el experimento fue un JEOL 100-CX del Instituto de Física de la UNAM, con sistema comercial de detección STEM. El detector mepsicrón fue puesto en lugar del dispositivo fotográfico del STEM, sin fotocátodo ya que las partículas incidentes fueron electrones [1]. En la figura 4.1 se puede apreciar la disposición del mepsicrón durante el experimento.

Al instalar el mepsicrón no fue necesario hacer modificaciones al microscopio, permitiendo con esto obtener imágenes y patrones utilizando técnicas convencionales, como la de haz débil [2] y registrar la imagen con el mepsicrón.

En el experimento se utilizaron pequeñas partículas de oro múltiplemente gemeladas [3].

Los patrones de difracción fueron tomados en condiciones de micromicro-difracción [4]. Esta condición se obtiene cuando el haz electrónico se concentra con la ayuda de las lentes condensadoras, de tal manera que incida en la muestra en un área lo más pequeña posible (en una región con un diámetro de alrededor de 200Å). Trabajar con patrones en esta condición permite elegir áreas muy pequeñas e incluso una sola partícula; sin embargo, esta técnica obliga a trabajar con corrientes bajas.

Debido a lo pequeño del área de trabajo, la corriente del haz

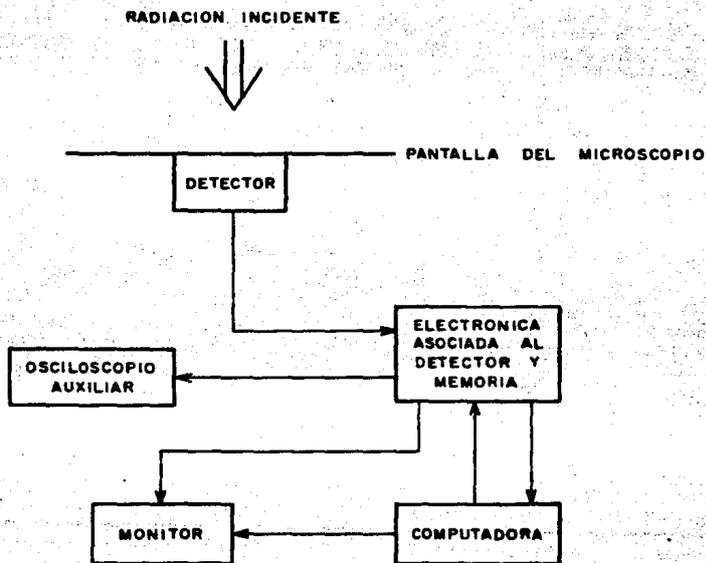


Figura 4.1.

Diagrama del experimento.

se redujo a tal punto que el patrón no podía observarse fácilmente en la pantalla fluorescente del microscopio (la energía de los electrones del haz con el que se obtuvieron los patrones de difracción fue de 100 Kev).

Ahora bien, debido a la alta sensibilidad del mepsicrón fue posible integrar la imagen del patrón y observar su formación en el monitor de video, después de 30 s de iniciado el experimento (la formación de la imagen del patrón se siguió de cerca con el osciloscopio auxiliar), esto permitió observar los resultados muy rápidamente. Para obtener una imagen directamente en placas fotográficas se tomaría un tiempo de exposición similar, de ocho a diez minutos, pero debe agregarse el tiempo de revelado antes de observar resultados, que podrían ser no satisfactorios.

#### 4.2.- Resultados.

En las figuras 4.2, 4.3, 4.4 se pueden ver varias de las fotografías de patrones de difracción obtenidas al fotografiar el monitor del mepsicrón, que.

Es posible apreciar en las fotografías que los puntos del patrón de difracción tienen forma; también es posible resolver fácilmente puntos próximos (figura 4.2), y ver puntos pequeños no visibles con técnicas convencionales esto permitió distinguir puntos cercanos al punto central, con lo que se logró hacer análisis cristalográfico, siendo esto imposible con el uso de la placa fotográfica, ya que como se puede apreciar en las figuras 4.9 y 4.10, que presentan patrones tomados con placa fotográfica, no es

posible distinguir si los puntos tienen forma y no permiten resolver puntos próximos al haz central u opacados por puntos intensos del patrón.

Con el uso del Mepsicrón fue posible captar puntos extras del patrón, normalmente no detectados con las técnicas convencionales, y que se deben a cancelaciones deficientes por celdas incompletas en la superficie de la muestra [5], permitiendo obtener información cristalográfica antes no accesible, tal como la topología de la superficie y la forma de la muestra.

En la fig 4.5 se puede apreciar un análisis de perfiles de intensidad. En esta imagen se puede ver que es posible distinguir si se trata de un solo punto o si se tienen dos puntos muy cercanos, lo que se logra con la ayuda del cursor y un programa auxiliar.

Otra función implementada en el mepsicrón es el ZOOM que permite realizar acercamientos para analizar en detalle la forma e intensidades de las imágenes obtenidas, como se puede apreciar en la figura 4.6.

A los puntos en la imagen se les asigna un color de acuerdo a la intensidad, lo cual permite cuantificar la intensidad de cada punto alrededor del punto central para orientar la muestra con respecto al haz incidente hasta obtener la condición deseada. Como se puede apreciar en la figura 4.3 se tiene una intensidad máxima en los puntos de un extremo, pero conforme se mueve al otro extremo, los puntos disminuyen de intensidad hasta desaparecer en el patrón. Esto se debe a que el punto tangente a la



Figura 4.2.



Figura 4.3.



Figura 4.4.

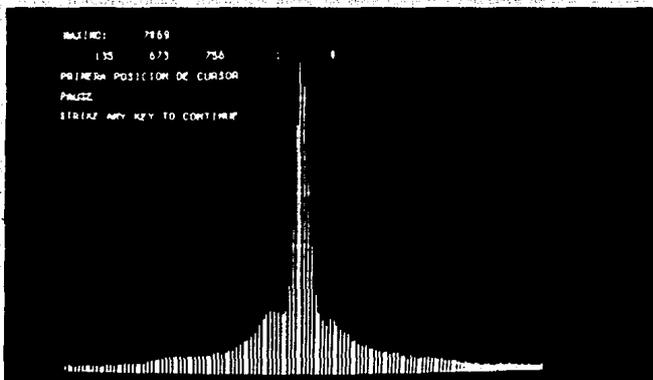


Figura 4.5.

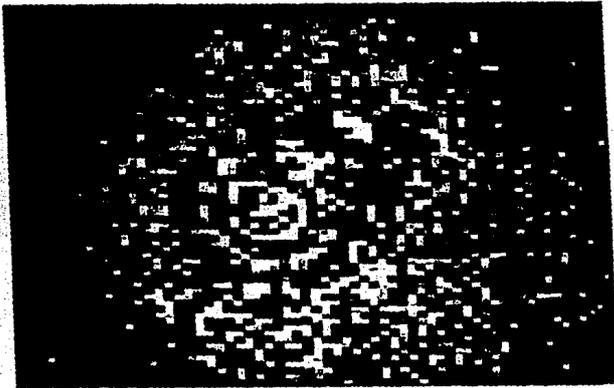


Figura 4.6.

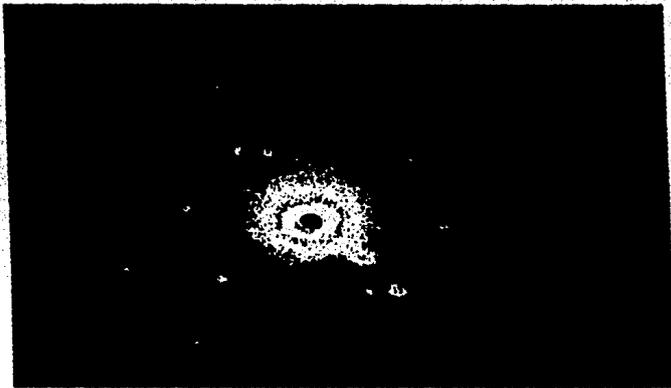


Figura 4.7.

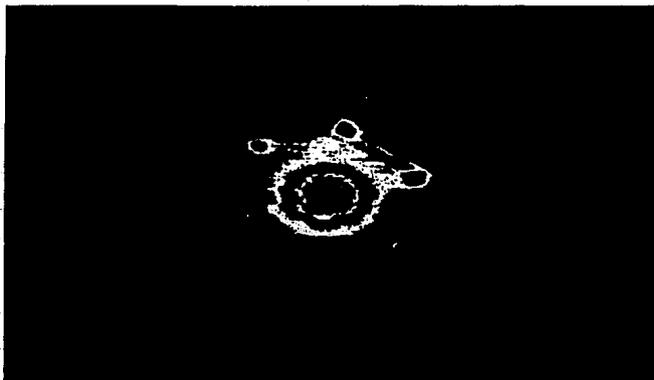


Figura 4.8.

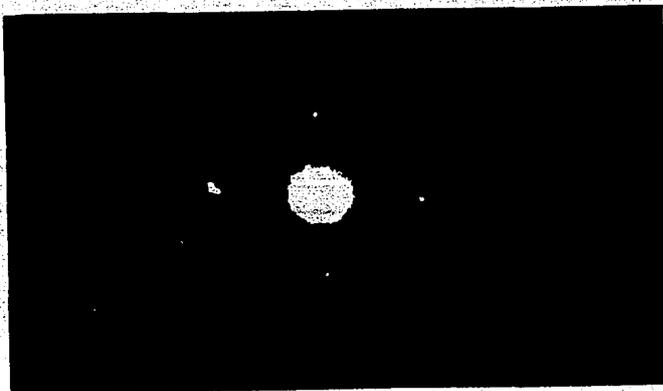


Figura 4.9.

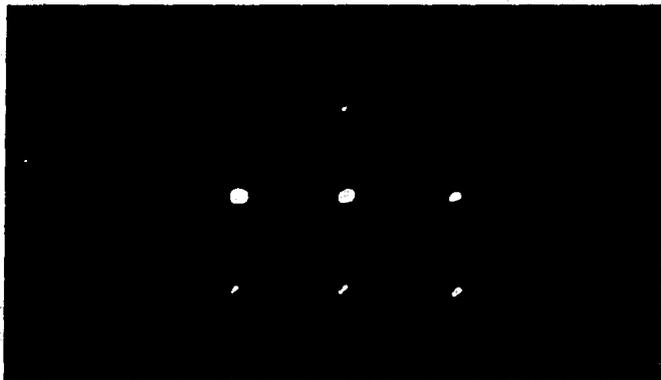


Figura 4.10.

esfera de Ewal y que se encuentra en el plano recíproco no se encuentra en el punto central, entonces los puntos que toca la esfera de Ewal no tendrán la misma intensidad (para puntos que estén a la misma distancia del punto central)

Una ventaja adicional fué la de obtener información de la alineación del microscopio, a través de la distribución de intensidades del punto central como se aprecia en la figura 4.8, esto es, una simetría cilíndrica de la que debe presentarse para obtener una buena alineación; si el haz se encuentra desalineado, se observará un punto central elipsoidal. Eso se debe a la aberración esférica de las lentes [6], la cual asocia a un punto en el objeto observado una circunferencia en la imagen formada, los efectos de esta aberración disminuyen si el haz se encuentra bien alineado con respecto al eje óptico.

Otra ventaja adicional es el que permite utilizar intensidades de corrientes pequeñas en el área de trabajo reduciéndola entre uno y dos órdenes de magnitud dependiendo de la muestra, con respecto a la utilizada para placas fotográficas. Esto permite evitar la posible destrucción de la muestra, lo que facilita el análisis de muestras biológicas, polímeros, etc. Mientras que el Mepsicrón tiene un intervalo dinámico de  $10^4$  la placa fotográfica lo tiene de  $10^2$  [7].

#### 4.3.- Conclusiones.

El mepsicrón demostró que funciona para análisis cristalográfico de partículas pequeñas permitiendo trabajar con

señales ultradébiles en el modo de difracción del microscopio, pudiendo obtener información no accesible convencionalmente.

La linealidad en la respuesta a las intensidades del mepsicrón le da una gran ventaja sobre la placa fotográfica, cuya respuesta no es lineal.

El poder cuantificar la intensidad de cada punto permite orientar en la dirección deseada los planos cristalinos de la muestra con respecto al haz incidente.

Asimismo el mepsicrón permitió corregir aberraciones y astigmatismo en el microscopio, así como lograr una mejor alineación, analizando la simetría del haz central. Esto es importante porque permite optimizar la resolución en el microscopio.

Sin embargo, el contraste observado en las imágenes obtenidas no fue óptimo, tal vez debido a que los electrones excitaban a varios microcanales vecinos a través de radiaciones secundarias como rayos X. Debido a esto se observan zonas nebulosas alrededor de los puntos del patrón de difracción, y no se obtuvo buena información al utilizar el microscopio en el modo imagen.

El mepsicrón se desempeña bien en el estudio cristalográfico de partículas pequeñas (catalizadores) y señales ultradébiles.

Pero también permitiría detectar mecanismos de pérdidas de energía, debidos a procesos inelásticos que vendrían de interacciones electrón-electrón. Estos procesos producen desviaciones de los electrones que si se miden con precisión darían información de la estructura electrónica de los sólidos con precisión y convertiría al microscopio electrónico en un instrumento analítico

muy poderoso; estas medidas podrían ser tomadas con la ayuda del mepsicrón.

La tarjeta de reloj permitió sincronizar el sistema y ayudó en la distribución de asignación de tiempo de memoria a las distintas instancias [8] así como en la generación de las señales de control, despliegue y cursor.

- 1.- Referencia 1.
- 2.- Señales ultradébiles capítulo 1.
- 3.- Referencia 11.
- 4.- Referencia 12.
- 5.- Comunicación personal del Dr. David Romeu.
- 6.- Referencia 13.
- 7.- Referencia 14.
- 8.- Capítulo 3.

## APENDICE 1.

### Obtención de un modelo del Patrón de Difracción con la Teoría Cinemática.

En la teoría cinemática de la difracción de electrones se considera que existe sólo dispersión simple, es decir, el haz incidente se ve dispersado sólo una vez. Dicha teoría permite obtener, en primera aproximación, una representación del patrón de difracción.

Se parte de la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo [1]

$$\nabla^2 \phi(r) + k^2 \phi(r) = \mu U \phi(r) \quad (a)$$

con  $\mu = 2m/h^2$ ,  $k^2 = 2mE/h^2$ ,  $U$  el potencial del cristal.

Para resolverla se sugiere el método de Green, en este método se plantea la ecuación

$$\nabla^2 G(r, r') + k^2 G(r, r') = \delta(r - r') \quad (b)$$

donde se tiene como función de Green

$$G(r, r') = \frac{e^{ik|r-r'|}}{|r-r'|} \quad (b')$$

donde  $G(r, r')$  representa la amplitud en el punto de observación  $r$  debido a un punto de dispersión en  $r'$ ; a esta función  $G(r, r')$  se le conoce como propagador.

Como solución de la ecuación de Schrödinger se propone una función  $h(r)$  de la forma

$$h(r) = \phi(r) - \int \mu G(r, r') U(r') \phi(r') d^3r' \quad (c)$$

1.-Comunicación personal de el Dr. Victor Castaño.

Sustituyendo (c) en (a) se obtiene la siguiente ecuación

$$\begin{aligned} \nabla^2 h + k^2 h &= \nabla^2 \vartheta(r) + k^2 \vartheta(r) - \int \mu U(r') \vartheta(r') \left[ V^2 G(r, r') + k^2 G(r, r') \right] d^3 r' \\ &= \mu V^2 \vartheta(r) - \mu V^2 \vartheta(r) = 0 \end{aligned} \quad (d)$$

entonces

$$\nabla^2 h(r) + k^2 h(r) = 0 \Rightarrow h(r) = e^{i k \cdot r}, \quad (e)$$

y de la expresión (c) se tiene

$$\vartheta(r) = h(r) + \int \mu G(r, r') U(r') \vartheta(r') d^3 r' \quad (f)$$

$h(r)$  representa la onda incidente y la integral representa la radiación dispersada por la red del cristal. Sustituyendo el valor de  $h(r)$

$$\vartheta(r) = e^{i k \cdot r} + \int \mu G(r, r') U(r') \vartheta(r') d^3 r' \quad (f')$$

Suponiendo que la  $\vartheta(r')$  que se encuentra dentro de la integral es igual a  $h(r)$  (primera aproximación de Born) se obtiene

$$\begin{aligned} \vartheta(r) &\approx e^{i k \cdot r} + \int \mu G(r, r') U(r') e^{i k \cdot r'} d^3 r' \\ &= \vartheta_0(r) \end{aligned} \quad (g)$$

como

$$G(r, r') = \frac{e^{i k(r-r') - i |r-r'|}}{r} \quad (h)$$

Sustituyendo en (g)

$$\vartheta_0(r) = e^{i k \cdot r} + \int \mu \frac{e^{i k(r-r') - i |r-r'|}}{r} U(r') e^{i k \cdot r'} d^3 r' \quad (i)$$

$$= e^{ik \cdot r} + \mu \frac{e^{ik \cdot r}}{r} \int e^{ik \cdot (r-r')} / |r'| U(r') d^3r' \quad (j)$$

$$= e^{ik \cdot r} + \mu \frac{e^{ik \cdot r}}{r} f[U(r')] \quad (k)$$

donde  $f[U(r')]$  es el patrón de difracción que resulta ser la transformada de Fourier del potencial atómico de la muestra, entonces, considerando la primera aproximación de Born, se llega a la interpretación de que el patrón de difracción es la transformada de Fourier del potencial atómico.

## APENDICE 2.

## Relación de componentes de la tarjeta de reloj.

1B	74LS04
2B, 3B, 2D	74B13B
4B	74S74
2A, 3A, 4A	74B163
1C	74LS32
2C, 3C	74LS161
4C	CONECTOR 12
1D	74LS221
3D	74LS113
4D	74LS02
R1	RESISTENCIA 2K7
R2	RESISTENCIA 1K
R3	RESISTENCIA 1K2
R4	RESISTENCIA 1K5
R5	RESISTENCIA 180
R6	RESISTENCIA 150
P1	POTENCIOMETRO 1K
C1	CAPACITOR 22nf
C2	CAPACITOR 3n3
C3, C4	CAPACITOR 150pf
C5	CAPACITOR 82pf
C6	CAPACITOR 10nf
C7	CAPACITOR 0.1nf

## REFERENCIAS.

- 1.- C. Firmani, L. Salas, R. Henríquez and E. Ruiz. A. Gómez, D. Romeu, D. Pérez, V. Castaño, P. S. Schabes and M. José Yacamán. Use of two-dimensional single electron detector for electron diffraction studies in Tem. North Holland Physics Publishing.
- 2.- Heterogeneous Catalysis in practice. Charles N. Satterfield. Mc Graw-Hill.
- 3.- S. Iijima. Phys. Rev. Lett Vol. 56. Núm. 6,616, Feb. 1986.
- 4.- Gareth Thomas, Michael J. Goringe. Transmission Electron Microscopy of Materials. John Wiley and Sons.
- 5.- C. Kittel. Introduction to Solid State Physics. J. Wiley.
- 6.- J. M. Ziman. Principles of the theory of Solids. Cambridge University Press.
- 7.- Rafael Angel Barrio Paredes. Formación de Imágenes en el microscopio electrónico.
- 8.- D. K. Bowen, C. R. Hall. Microscopy of materials. Mac-Millan.
- 9.- L. Gutiérrez. "Sistema de adquisición de datos y manejo de imágenes para un detector bidimensional", Tesis profesional, Facultad de ciencias, UNAM (1984).
- 10.- Rogerio Enriquez Caldera, Leonel Gutiérrez Albores, Elfege Ruiz Schneider, Luis Salas Casales. Tlachialolni I, Sistema de adquisición, almacenamiento y despliegue de imágenes bidimensionales.

- 11.- Ogawa, S. Ino, T. Kato, and H Data, J. Phys. Soc. Jpn. 21, 1963 (1966).
- 12.- Manual del microscopio electrónico JEOL 100-CX.
- 13.- Miles Klein. Optics. Wiley.
- 14.- Victor Manuel Castaño Meneses. Efectos finos en difracción de electrones, Tesis Doctoral, Facultad de ciencias, UNAM.